Environnement Canada Environment Canada

Processus modifié pour déterminer les formes du phosphore dans les sédiments d'eaux douces

T. Mayer et J.D.H. Williams*

* Ce travail a été lancé et mis au point par J.D.H. Williams qui a connu une mort tragique le 23 février 1979.

ÉTUDE N° 119, COLLECTION DES RAPPORTS TECHNIQUES

INSTITUT NATIONAL DE RECHERCHES SUR LES EAUX
DIRECTION GÉNÉRALE DES EAUX INTÉRIEURES
CENTRE CANADIEN DES EAUX INTÉRIEURES
BURLINGTON (ONTARIO) 1981

Canada

© Ministre des Approvisionnements et Services Canada 1983

N° de cat. En 36-503/119F

ISBN 0-662-92018-X

Table des matières

Page

RÉSUMÉ v

ABSTRACT v

INTRODUCTION 1

APPAREILLAGE 1

RÉACTIFS NÉCESSAIRES AU PROCESSUS DE FRACTIONNEMENT 1

PROCESSUS POUR LE DOSAGE DU PHOSPHORE MINÉRAL SOUS FORME NON-APATITE ET DU PHOSPHORE SOUS FORME D'APATITE DANS LES SÉDIMENTS 3

Phosphore minéral sous forme non-apatite 3

(a) Phosphore minéral extractible au moyen du réactif citrate-dithionite-bicarbonate (CDB) 3

(b) Phosphore extractible par le NaOH 3

Phosphore sous forme d'apatite (phosphore extractible par le HCl) 3

PROCESSUS POUR LE DOSAGE DU PHOSPHORE TOTAL ET DU PHOSPHORE ORGANIQUE DANS LES SÉDIMENTS 4

Extraction 4

Dosage des orthophosphate dans l'extrait 4

Dosage du phosphore total en solution 4

Dosage du phosphore organique 4

RÉSULTATS ET DISCUSSION 4

REMERCIEMENTS 5

RÉFÉRENCES 5

BIBLIOGRAPHIE 5

ANNEXE A. Dosage des orthophosphates en solution selon la méthode de Watanabe et Olsen (1962) 6

ANNEXE B. Dosage des orthophosphates en solution selon la méthode de Weaver (1974) 7

ANNEXE C. Dosage des orthophosphates en solution selon la méthode de Harwood et coll. (1969) 8

ANNEXE D. Dosage des orthophosphates en solution selon la méthode de Fogg et Wilkinson (1958) 9

Tableaux

1. Profondeur de l'eau et taux de sédimentation aux endroits de prélèvement des échantillons de sédiments provenant du lac Ontario 4

2. Résultats des analyses en laboratoire 4

Illustrations

Page

Figure 1. Processus analytiques utilisés pour doser le phosphore sous forme d'apatite (P_a), le phosphore minéral sous forme non-apatite (P_{mna}), le phosphore organique (P_o) et le phosphore total (P_t) 2

Résumé

Le présent rapport décrit un processus analytique pour la détermination des diverses formes de phosphore présentes dans les sédiments. La méthode a été largement utilisée sur une variété d'échantillons tels que les sédiments fluviatiles et lacustres, les matières de berges et quelques minéraux de phosphore à l'état pur. Elle convient à l'analyse d'un grand nombre d'échantillons, car il est possible de procéder à l'extraction en lots et il serait facile de déterminer les extraits par automation.

Abstract

An analytical procedure for the determination of various forms of phosphorus in sediments is described. The method has been widely used on a variety of samples such as lacustrine and fluvial sediments, bluff material and some pure phosphorus minerals. It is suitable for the analysis of a large number of samples, because it is possible to carry out extraction in batches and the determinations on the extracts can easily be automated.

Processus modifié pour déterminer les formes du phosphore dans les sédiments d'eaux douces

T. Mayer et J.D.H. Williams

INTRODUCTION

Un processus analytique servant à déterminer les formes de phosphore dans les sédiments a été mis au point au Centre canadien des eaux intérieures (CCEI), à Burlington, en modifiant la procédure décrite par Chang et Jackson (1975) et Williams et Hayer (1972). Les auteurs ont largement utilisé ce processus dans leurs récents travaux sur les sédiments d'eaux douces, sur les matériaux de berges ainsi que sur les minéraux de phosphate pur trouvés communément dans les sols et les sédiments.

La figure 1 donne le schéma des processus utilisés afin de déterminer le phosphore sous forme d'apatite (P_a), le phosphore minéral sous forme non-apatite (P_{mna}) et le phosphore organique (P_o), ainsi que le phosphore total (P_t).

Aux fins du présent rapport, le terme «phosphore sous forme d'apatite» dénote les orthophosphates présents dans les réseaux cristallins des grains d'apatite. On tend à identifier les apatites à faible degré de cristallinité comme si elles faisaient partie de la fraction P_{mna} (Williams et coll., 1980). L'expression «phosphore total» désigne l'ensemble du phosphore extrait, mais sa concentration est légèrement inférieure à la teneur vraie en P_t des sédiments, parce qu'il existe des formes de phosphore qui ne sont pas extraites lors de l'extraction du P_o (Williams et coll., 1976).

On a employé deux méthodes (Chang et Jackson, 1957; Williams et Mayer, 1972) pour déterminer les orthophosphates, sous la forme desquels se trouve la majeure partie du phosphore minéral (P_m). En général, l'accord entre ces deux méthodes est très bon.

La somme des concentrations de P_{mna} et de P_a égale approximativement (5 % à 10 % près) la concentration d'orthophosphates dans l'extrait combiné. Pour économiser du temps, il est préférable de traiter les échantillons en lots de 24. Dans la plupart des cas, après chaque extraction, la teneur en phosphore de l'extrait a été déterminée à l'aide des méthodes décrites plus loin. L'automatisation de quelques-unes des étapes (Harwood et coll., 1969; annexe A) augmente l'efficacité du processus.

L'analyse d'échantillons lyophilisés de granulométrie d'une maille de 100 ne donne pas lieu à de grands écarts de la teneur en phosphore par rapport à une granulométrie plus grande (d'une maille de 30), pour autant que les échantillons sont suffisamment homogènes. S'il est concentré, l'arsenic cause une surestimation de la teneur en phosphore; dans la plupart des cas, sa teneur n'était pas assez élevée pour gêner gravement les dosages du phosphore.

APPAREILLAGE

Tubes à centrifuger de 100 mL en «nalgène» (polypropylène), avec support.
Bouchons en caoutchouc de 6½ pour les tubes à centrifuger.
Agitateur (rotatif ou oscillant) pour 24 tubes à centrifuger de 100 mL.
Bain d'eau.
Centrifugeur (I.EC., modèle PR-6).
Fioles jaugées de 25, 50 et 100 mL.
Entonnoirs de décantation de 125 mL.
Fioles Erlenmeyer de 125 mL.
Petits entonnoirs en verre.
Spectrophotomètre sensible à l'ultraviolet (cellule d'absorption avec traversée optique de 10 mm) (Pye Unicam SP6-300).
Éprouvettes ou distributeurs gradués.
Pipettes.
Bâtons en verre pour agitation.
Spatules.
Nacelles.
Balance de précision (jusqu'à environ 200 g), exacte à 0,5 mg.
Four avec réglage de température.
Pompe à eau.
Mélangeur Vortex.
Plaque chauffante.

RÉACTIFS NÉCESSAIRES AU PROCESSUS DE FRACTIONNEMENT

HCl conc.
H_2SO_4 conc.
$HClO_4$ conc. à 72 %.

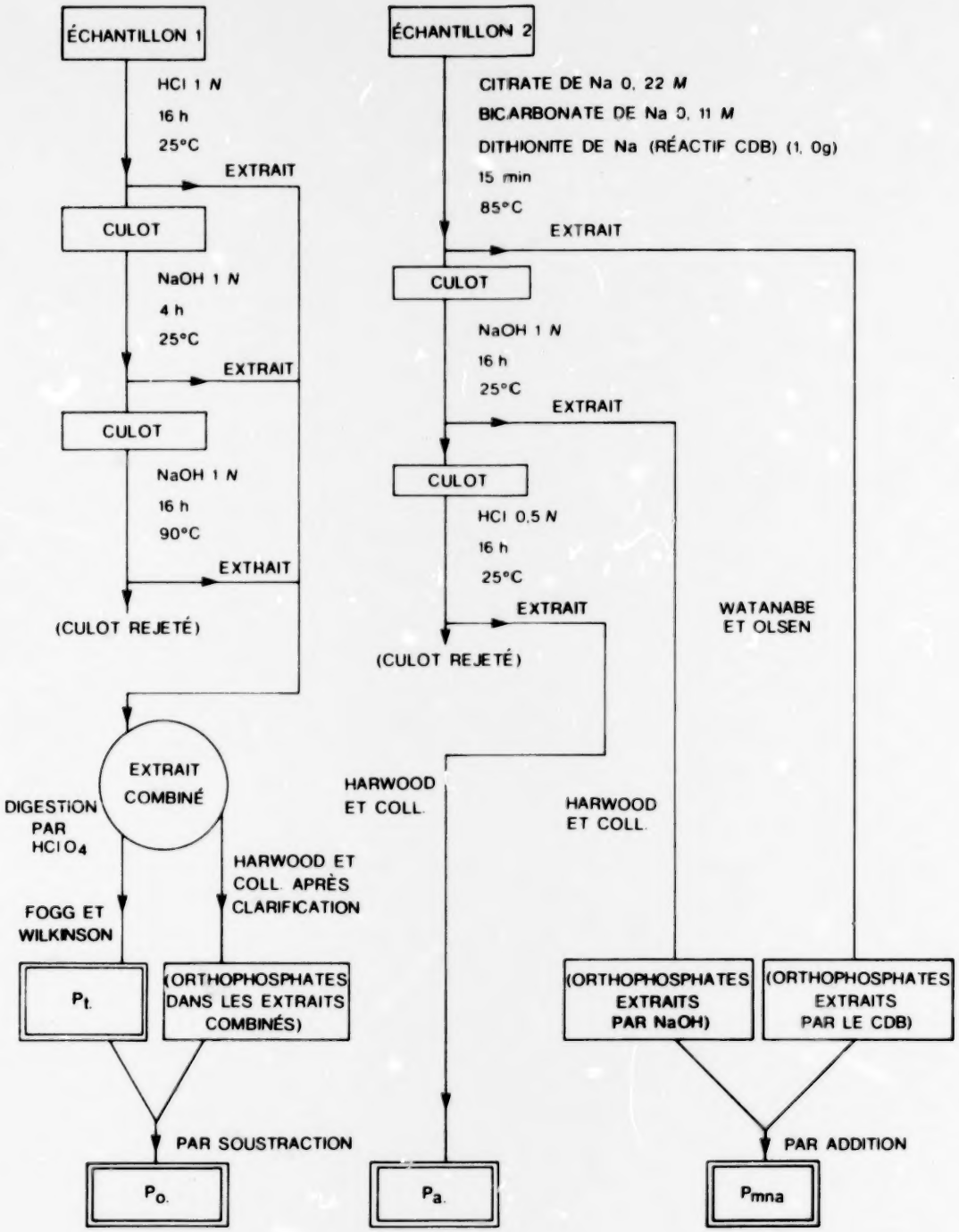

Figure 1. Processus analytiques utilisés pour doser le phosphore sous forme d'apatite (P_a), le phosphore minéral sous forme non-apatite (P_{mna}), le phosphore organique (P_o) et le phosphore total (P_t).

Solution de HCl 1 *N*: Diluer 83 mL de HCl conc. dans du H_2O distillé pour arriver à 1000 mL. (Requis pour un lot de 24: 2,5 L).

Solution de HCl 3 *N*: Diluer 249 mL de HCl conc. dans du H_2O distillé pour arriver à 1000 mL.

Solution de NaOH 1 *N*: Dissoudre 40 g de NaOH dans 1000 mL de H_2O (Requis pour un lot de 24: 4 L).

Solution de NaOH 5 *N*: Dissoudre 200 g de NaOH dans 1000 mL de H_2O.

Solution de H_2SO_4 5 *N*: Diluer 140 mL de H_2SO_4 conc. dans du H_2O pour arriver à 1000 mL.

Solution de NaCl 1 *M*: Dissoudre 58,5 g de NaCl dans 1000 mL de H_2O (Requis pour un lot de 24: 2 L).

Dithionite de sodium ($Na_2S_2O_4$), qualité analytique.

Citrate de sodium 0,22 *M*/bicarbonate de sodium 0,11 *M*: Dissoudre 67 g de citrate de sodium ($C_6H_5Na_3O_7 \cdot 2H_2O$) et 9,3 g de bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$) dans 1000 mL de H_2O distillé (pour 24 échantillons, préparer 2 L).

$FeCl_3$ 1 *M*: Dissoudre 70 g de chlorure ferrique ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) dans 1000 mL d'acide chlorhydrique dilué (d'environ 0,2 *N*).

Réactifs pour la méthode de Watanabe et Olsen (1962) (annexe A).

Réactifs pour la méthode de Weaver (1974) (annexe B).

Réactifs pour la méthode de Harwood et coll. (1969) (annexe C).

Réactifs pour la méthode de Fogg et Wilkinson (1958) (annexe D).

PROCESSUS POUR LE DOSAGE DU PHOSPHORE MINÉRAL SOUS FORME NON-APATITE ET DU PHOSPHORE SOUS FORME D'APATITE DANS LES SÉDIMENTS

Les processus décrits ci-dessous ont été mis au point par Chang et Jackson (1957).

Phosphore minéral sous forme non-apatite

Phosphore minéral extractible au moyen du réactif citrate-dithionite-bicarbonate (CDB)

Peser les échantillons (0,5 g chacun) et les verser dans des tubes à centrifuger de 100 mL en polypropylène.

Ajouter 50 mL de la solution de citrate de sodium 0,22 *M*/bicarbonate de sodium 0,11 *M* à chaque tube.

Immerger les tubes dans un bain d'eau maintenu à 85°C. Après 15 min, y ajouter 1,0 g de dithionite de sodium, et garder à 85°C pendant 15 min encore, en agitant fréquemment à l'aide d'un bâton en verre.

Centrifuger 15 min à 2000 tr/min (1100 *g*).

Transvaser le surnageant dans des fioles jaugées de 100 mL, sans déranger les culots.

Ajouter 25 mL de la solution de NaCl 1, 0 *M* à chaque tube. Bien laver les culots en mélangeant avec un mélangeur Vortex.

Centrifuger l'extrait à 2000 tr/min pendant 10 min.

Transvaser l'extrait dans des fioles jaugées de la même façon que le premier extrait. Conserver les culots pour l'étape (b) décrite ci-dessous.

Ajouter 1 mL de la solution de $FeCl_3$ 1 *M* à chaque fiole.

Laisser reposer les fioles à l'air libre pendant 2 à 3 jours (recouvertes de papier-filtre ou de serviettes de papier) jusqu'à l'apparition d'une couleur brun-jaunâtre, ce qui indique que l'oxydation du dithionite s'est terminée.

Diluer l'extrait combiné à 100 mL, bien agiter, puis doser les orthophosphates selon la méthode de Watanabe et Olsen (1962) ou de Weaver (1974) (annexes A et B).

Phosphore extractible par le NaOH

Ajouter 50 mL de NaOH 1 *N* aux culots dans les tubes à centrifuger de 100 mL.

Boucher, bien agiter, puis mettre les tubes dans un agitateur rotatif ou oscillant et les y laisser toute la nuit.

Centrifuger pendant 15 min à 2000 tr/min (1100 *g*).

Transvaser 20 mL du surnageant dans un autre tube à centrifuger.

Y ajouter ensuite 10 mL de HCl 3 *N*.

Mélanger avec le mélangeur Vortex et centrifuger pendant 10 min à 2000 tr/min.

Transvaser 10 mL du surnageant clarifié dans une fiole jaugée de 50 mL.

Doser le phosphore dans la solution selon la méthode de Harwood et coll. (1969) (annexe C).

Jeter ce qui reste de l'extrait de NaOH.

Ajouter 30 mL de NaCl 1 *M* à chaque tube contenant des culots.

Laver les culots (à l'aide du mélangeur Vortex).

Centrifuger les tubes pendant 10 min à 2000 tr/min.

Jeter le surnageant sans déranger le culot.

Phosphore sous forme d'apatite (phosphore extractible par le HCl)

Ajouter 50 mL de HCl 1 *N* au culot de l'étape (b), puis agiter toute la nuit.

Centrifuger pendant 15 min à 2500 tr/min (1700 *g*).

Transvaser 2 mL du surnageant dans une fiole jaugée de 50 mL.

Doser les orthophosphates dans l'extrait selon la méthode de Harwood et coll. (1969) (annexe C).

PROCESSUS POUR LE DOSAGE DU PHOSPHORE TOTAL ET DU PHOSPHORE ORGANIQUE DANS LES SÉDIMENTS

Les processus décrits ci-dessous ont été mis au point par Mehta et coll. (1954) et Sommers et coll. (1972).

Extraction

Verser 0,5 g de l'échantillon dans un tube à centrifuger en polypropylène de 100 mL
Y ajouter 50 mL de HCl 1 *N* et agiter pendant 16 h (toute une nuit).
Centrifuger pendant 15 min à 2500 tr/min.
Transvaser le surnageant dans une fiole jaugée de 250 mL.
Ajouter 50 mL de NaOH 1 *N* au culot, puis agiter pendant 4 h.
Centrifuger à 2500 tr/min pendant 15 min.
Transvaser le surnageant dans la même fiole de 250 mL.
Ajouter 50 mL de NaOH 1 *M* au culot.
Mettre le tube, couvert afin d'éviter l'évaporation, dans un four à 90° C pendant 16 h (toute la nuit).
Laisser refroidir et centrifuger pendant 15 min à 2500 tr/min.
Combiner le surnageant avec les extraits au HCl et au NaOH.
Ajouter 6 mL de HCl conc. aux extraits combinés, diluer à 250 mL, puis mélanger.

Dosage des Orthophosphates dans l'extrait

Transvaser environ 50 mL d'extrait combiné dans un tube à centrifuger de 100 mL.
Centrifuger pendant 15 min à 2500 tr/min.
Transvaser 10 mL de la solution clarifiée dans une fiole jaugée de 50 mL.
Doser les orthophosphates selon la méthode de Harwood et coll. (1969) (annexe C).

Dosage du phosphore total en solution

Mélanger complètement l'extrait combiné contenant de la matière organique précipitée dans la fiole de 250 mL.
Transvaser 10 mL de la suspension dans une fiole Erlenmeyer de 125 mL.
Faire évaporer la solution presque complètement (solution résiduelle d'environ 1 mL).
Y ajouter 1 mL de $HClO_4$ à 72 %.
Mettre sur plaque chauffante et faire digérer.
Lorsque le $HClO_4$ commence à laisser s'échapper des fumées blanches et denses, mettre la tige d'un petit entonnoir dans le col de la fiole Erlenmeyer.
Laisser digérer par $HClO_4$ pendant 10 min ou jusqu'à ce qu'aucune particule de matière organique ne soit visible.
Y ajouter 20 mL de H_2O distillé.
Faire digérer la solution à 90° C pendant 1 h.
Doser le phosphore selon la méthode de Fogg et Wilkinson (1958) (annexe D).

Dosage du phosphore organique

On détermine la teneur en P_O des extraits de sédiments en soustrayant la concentration des orthophosphates dans l'extrait de celle du P_t dans la solution.

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Afin d'éprouver le processus décrit dans ce rapport, on a analysé quatre échantillons en laboratoire. Trois de ceux-ci étaient des sédiments lacustres de surface et l'autre

Tableau 1. Profondeur de l'eau et taux de sédimentation aux endroits de prélèvement des échantillons de sédiments provenant du lac Ontario

Échantillon	Latitude	Longitude	Profondeur de l'eau (m)	Taux actuel de sédimentation (mm/an)
WB	43° 24,10′ N	79° 43,64′ O	101	1,3
E-30	43° 30,7′ N	76° 54,0′ O	225	1,6

Tableau 2. Résultats des analyses en laboratoire (Teneur en P en mg/kg)

	(1)	(2)	(3)	(4)*	(5)*	(6)	(7)
	P_{mna}		P_a				
Échantillon	P-CDB	P-NaOH	P-HCl	(1) + (2) + (3)	Orthophosphates des extraits combinés	P_O (par soustraction)	P_t
WB, lac Ont.	547 ± 22	50 ± 7	365 ± 20	962	987 ± 14	303	1290 ± 22
E-30, lac Ont.	590 ± 17	42 ± 4	315 ± 10	947	934 ± 14	210	1144 ± 19
Lac Perch	608 ± 34	42 ± 3	305 ± 19	955	951 ± 24	211	1162 ± 14
Till du lac Érié	25 ± 9	7 ± 4	328 ± 5	360	375 ± 11	2	377 ± 20

*Remarquer la bonne concordance entre les colonnes (4) et (5).

était un échantillon de till provenant d'une berge en érosion du lac Érié. Deux des échantillons de sédiments provenaient de cuvettes de dépôt du lac Ontario (tableau 1). L'autre échantillon de sédiments provenait d'un lac du Bouclier canadien, le lac Perch. Ce lac, plus ou moins en forme de coeur, se trouve sur la propriété de l'Énergie atomique du Canada Ltée (EACL), à cinq milles environ du village de Chalk River, dans la province géologique de Grenville. Le lac, allongé du nord-ouest au sud-est et parallèle à la rivière des Outaouais, dans laquelle il se déverse, occupe l'extrémité inférieure d'un petit bassin versant (8 km^2).

Le tableau 2 donne les résultats des analyses en laboratoire. Les statistiques ont été calculées à partir de cinq à neuf prises d'essai.

REMERCIEMENTS

R.A. Bourbonnière et W.A. Glooschenko ont tous deux fait une révision utile du présent rapport.

RÉFÉRENCES

Chang, S.C. et M.L. Jackson. 1957. Fractionation of soil phosphorus. Soil Sci. 84: 133-144.

Fogg, D.N. et N.T. Wilkinson. 1958. The colorimetric determination of phosphorus. Analyst, 83:406-414.

Harwood, J.E., R.A. van Steenderen et A.L. Kuhn. 1969. A rapid method for orthophosphate analysis at high concentrations in water. Water Res. 3:417-423.

Mehta, N.C., J.O. Legg, C.A.I. Coring et C.A. Black. 1954. Determination of organic phosphorus in soils: I. Extraction method. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 18:443-449.

Sommers, L.E., R.F. Harris, J.D.H. Williams, D.E. Armstrong et J.K. Syers. 1972. Fractionation of organic phosphorus in Lake sediments. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 36:51-54.

Watanabe, F.S. et S.R. Olsen. 1962. Colorimetric determination of phosphorus in water extracts of soil. Soil Sci. 93:183-188.

Weaver, R.M. 1974. A simplified determination of reductant-soluble phosphate in soil phosphate fractionation schemes. Soil Sci. Soc. Am. Proc. 38:153-154.

Williams, J.D.H. et T. Mayer. 1972. Effects of sediment diagenesis and regeneration of phosphorus with special reference to Lakes Erie and Ontario, p. 281-315. *Dans* Nutrients in natural waters, H.E. Allen et J.R. Kramer (réds), Wiley-Interscience, New York, pp. 281-315.

Williams, J.D.H., T.P. Murphy et T. Mayer. 1976. Rates of accumulation of phosphorus forms in Lake Erie sediments. J. Fish. Res. Board Can. 33:430-439.

Williams, J.D.H., H. Shear et R.L. Thomas. 1980. Availability to *Scenedesmus quadricauda* of different forms of phosphorus in sedimentary materials from the Great Lakes. Limnol. Oceangr. 25(1):1-11.

BIBLIOGRAPHIE

Barry, P.J. 1975. Hydrological studies on a small basin on the Canadian Shield. Énergie atomique du Canada Ltée, Laboratoires nucléaires, de Chalk River, Rapport nº AECL-5041:1.

Kemp, A.L.W., R.L. Thomas et J.D.H. Williams. 1977. Major elements, trace elements, sediment particle size, water content, Eh and pH in 26 cores from Lakes Superior, Huron, Erie and Ontario. Centre canadien des eaux intérieures, Environnement Canada, rapport non publié.

Williams, J.D.H., J.-M. Jaquet et R.L. Thomas. 1976. Forms of phosphorus in the surficial sediments of Lake Erie. J. Fish. Res. Board Can. 33:413-429.

Williams, J.D.H., T. Mayer et J.O. Nriagu. 1980. Extractability of phosphorus from phosphate minerals common in soils and sediments. Soil Sci. Soc. Am. J. 44:462-465.

ANNEXE A

DOSAGE DES ORTHOPHOSPHATES EN SOLUTION SELON LA MÉTHODE DE WATANABE ET OLSEN (1962)

PROCESSUS

Transvaser une portion de la solution à analyser (20 mg de phosphore sous forme de PO_4^{3-}) dans un entonnoir de décantation de 125 mL.

Ajouter 5 mL de molybdate.

Ajouter du H_2O pour amener le volume à 20 mL.

Ajouter 10 mL de 1-butanol.

Agiter pendant 2 min et jeter la phase aqueuse.

Ajouter 10 mL de H_2SO_4 1 *N*.

Agiter pendant 2 min et jeter la phase aqueuse.

Ajouter 15 mL de chlorure stanneux.

Agiter pendant 1 min et jeter la phase aqueuse.

Transvaser la phase organique dans une fiole jaugée de de 25 mL.

Rincer l'entonnoir de décantation avec 10 mL d'éthanol, puis transvaser la rinçure dans la fiole.

Amener au trait de jauge de la fiole de 25 mL avec de l'éthanol, puis bien mélanger.

Mesurer l'absorption à 725 μm (cellules d'absorption de 10 mm).

RÉACTIFS

Réactif au molybdate: Dissoudre 50 g de $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ solide dans 500 mL de H_2O. Ajouter 400 mL de H_2SO_4 10 *N*, puis diluer à 1 L.

H_2SO_4 1 *N*: Diluer 100 mL de H_2SO_4 10 *N* jusqu'à 1000 mL avec du H_2O distillé.

Solution mère de chlorure stanneux: Dissoudre 10 g de $SnCl_2 \cdot 2H_2O$ dans 25 mL de HCl conc. Mettre au réfrigérateur.

Solution fille de chlorure stanneux: Diluer 1 mL de la solution mère jusqu'à 200 mL avec du H_2SO_4 1 *N* immédiatement avant usage.

1-butanol, $CH_3(CH_2)_2 \cdot CH_2OH$, qualité analytique.

Éthanol, $CH_3 \cdot CH_2OH$, qualité analytique absolue.

H_2SO_4 10 *N*: Ajouter 278 mL de H_2SO_4 conc. à 754 mL de H_2O.

Solution étalon mère de P: Comme dans la méthode de Harwood et coll. (1969).

Solution étalon de P: Comme dans la méthode de Harwood et coll. (1969). En prélever 2 mL pour l'entonnoir «étalon».

ANNEXE B

DOSAGE DES ORTHOPHOSPHATES EN SOLUTION SELON LA MÉTHODE DE WEAVER (1974)

Le processus (Weaver, 1974) a été modifié par addition du réactif colorimétrique mélangé (Harwood et coll., 1969). Ajouter la solution de molybdate d'ammonium à 5 % avant d'ajouter le réactif colorimétrique mélangé. La quantité réelle de solution de molybdate d'ammonium dépend du volume de CDB. Pour 50 mL de solution finale, ajouter:

1 mL de la solution de molybdate d'ammonium à 5 % si le volume de CDB est de 2 mL.

3 mL de la solution de molybdate d'ammonium à 5 % si le volume de CDB est de 5 mL.

Une solution de $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ (poids mol. de 1236,0) à 5 % équivaut à 0,0405 *M*. La concentration de citrate dans l'extrait final du CDB est de 0,114 *M*.

ANNEXE C

DOSAGE DES ORTHOPHOSPHATES EN SOLUTION SELON LA MÉTHODE DE HARWOOD ET COLL. (1969)

PROCESSUS

Verser une prise d'essai de 0 à 150 mg de phosphore sous forme de PO_4^{3-} (condition optimale: de 0 à 50 mg de phosphore sous forme de PO_4^{3-}) dans une fiole jaugée de 50 mL.

Diluer jusqu'à environ 33 mL avec du H_2O.

Ajouter 10 mL de réactif colorimétrique.

Amener au trait de jauge, puis mélanger.

Mesurer l'intensité de la coloration de 30 à 120 min après son apparition à 890 μm dans des cellules d'absorption de 10 mm.

RÉACTIFS

H_2SO_4 4 *N*: Diluer 112 mL d'acide conc. jusqu'à 1 L.

Solution de molybdate d'ammonium: Dissoudre 32 g de $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ dans 1 L de H_2O.

Solution d'acide ascorbique: Dissoudre 5 g de cet acide, sous forme solide, dans 50 mL de H_2O. Renouveler chaque jour.

Solution de tartrate de potassium et d'antimoine: Dissoudre 2,7 g de ce sel, sous forme solide, dans 250 mL de H_2O. (Longévité limitée par la croissance fongique).

Réactif colorimétrique (pour 24 échantillons, solution étalon, «blancs»):
(Combiner 250 mL de H_2SO_4 4 *N*, 75 mL de la solution de molybdate d'ammonium, 25 mL de la solution de tartrate de potassium et d'antimoine et 100 mL de la solution d'acide ascorbique à 10 %, puis diluer jusqu'à 500 mL avec du H_2O distillé.

Solution étalon mère de P. Assécher du KH_2PO_4 à 40°C pendant la nuit. En dissoudre 0,4391 g dans 1000 mL de HCl 0,17 *N*. 1 mL = 100 μg de P.

Solution étalon fille de P: Amener 5,0 mL de la solution étalon mère à 50 mL avec du H_2O dans une fiole jaugée. Jeter après trois jours. Cet étalon a une teneur en P de 10 μg/mL.

ANNEXE D

DOSAGE DES ORTHOPHOSPHATES EN SOLUTION SELON LA MÉTHODE DE FOGG ET WILKINSON (1958)

PROCESSUS

Verser une portion de la solution contenant de 0 à 50 mg de phosphore sous forme de PO_4^{3-} dans une fiole Erlenmeyer de 125 mL.

Amener à une neutralité approximative par addition de NaOH 5 *N* ou de H_2SO_4 5 N, en se servant de dinitro-2,4 phénol comme indicateur.

Diluer jusqu'à environ 34 mL avec du H_2O.

Ajouter 10 mL de molybdate d'ammonium.

Ajouter 1 mL de la solution d'acide ascorbique.

Amener à ébullition.

Refroidir et transvaser dans une fiole jaugée de 50 mL.

Amener au trait de jauge, puis bien mélanger.

Mesurer l'absorption à 820 μm dans des cellules d'absorption de 10 mm (ou de 400 mm, au besoin).

RÉACTIFS

Molybdate d'ammonium: Dans 100 mL de H_2O, dissoudre 10 g de $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ solide. Ajouter 300 mL de H_2SO_4, 1/1, puis diluer jusqu'à 1 L.

Acide ascorbique: Dissoudre 5 g de cet acide, sous forme solide, 50 mL de H_2O. Renouveler la solution tous les jours.

Solution de dinitro-2,4 phénol.

Solution étalon mère de P: Comme dans la méthode de Harwood et coll. (1969).

Solution étalon fille de P: Comme dans la méthode de Harwood et coll. (1969).